



特 許 願

(2,000円)

昭和48年5月23日

特許庁長官 三宅 幸夫 殿

1. 発明の名称 ゴム入りワックスの製造方法

2. 発明者

住所 神奈川県横浜市神奈川区大口通103の2
氏名 西 川 弘 (他1名)

3. 特許出願人

住所 東京都港区西新橋1丁目3番12号
名称 (444) 日本石油株式会社
代表者 関 口 丈 夫

4. 代理人 〒104

住所 東京都中央区銀座1丁目9番10号
大日本図書ビル 電話 (567) 5779
氏名 (7222) 弁理士 朝 倉 正 幸

5. 添付書類目録

- (1) 明細書
- (2) 図面
- (3) 願書
- (4) 委任状

方式
1 通
1 通
1 通 (通)

① 日本国特許庁

公開特許公報

① 特開昭 50-7802

④ 公開日 昭50.(1975) 1.27

② 特願昭 48-58079

② 出願日 昭48.(1973) 5.23

審査請求 未請求 (全5頁)

庁内整理番号

⑤ 日本分類

7011 46

18 E3

6023 48

25(U)B3

7404 4A

13(U)E1

明 細 書

1. 発明の名称

ゴム入りワックスの製造方法

2. 特許請求の範囲

ワックス類にゴムまたはゴム成分50wt%以上のゴム・ワックスマスターバッチを加え、80℃～300℃の温度で、攪拌羽根の最大外周速度10～100 m/sec、溶解操作時にかける最大の実質攪拌消費動力30～800 kw/t、製品で混合攪拌しゴム分3～50wt%のゴム入りワックスを製造する方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はゴムとワックス類を混合溶解して得られるゴムワックスの新規な製造方法に関するものである。さらに詳しくは、ワックス類にゴムまたはゴム成分が50%以上のゴム・ワックスマスターバッチを加えて所定の温度、攪拌羽根外周速度、攪拌動力で混合攪拌することを特徴とするゴム入りワックスの製造方法に関するものである。

ゴム成分とワックス類が均一に溶解混合されたゴム入りワックスはワックス類の弾性的性質の増

加、耐水性、摩耗性の改良等の点において従来のワックス類単独使用の場合よりもすぐれた性質を有するものであることがわかり、例えば紙類、布類の防水材として好適であることがわかった。しかしこのゴムワックスの製造は、ワックス類とゴムの相溶性の点から容易なものでなく、従来もこれといったすぐれた製造法は見当たらない。

そこで、本発明者らはゴムワックスの製造法の予備研究を行なった。まず、1リッター中に180°マイクロワックス600gを入れ、加熱によりこのマイクロワックスを180℃位の液体にし、そこへブチルゴムのシートを1個が約1g位の大きさに切つたものを20個加え羽根40mmの攪拌翼を約400 rpmで回転させる通常の混合攪拌したところ、一向に溶解する気配はみられなかつた。そこで、ブチルゴム/180°マイクロワックスを80/20(重量比)になるようにロールで混練したものを1個が約1g位のサイコロ状にして、180℃に溶かしした180°マイクロワックスに同様な方法でビーカー中で加え、この温度で約6時間同様に攪拌し

たが溶解は困難であつた。そして、この様な操作を行なうことにより、マイクロワックスの色相は加熱時間とともに悪化する現象がみられ、これらの経験からゴムワックスを作る溶解時間は短かくしなければならぬことが製品管理の面からも判明した。

以上の予備実験から明らかなように、溶解ワックス中にゴム小片を添加し、通常に混合攪拌してもゴムは全く溶解せず、またゴム成分の多いゴムワックスマスターバッチ小片を同様に添加攪拌しても溶解はきわめて困難である。

また、ワックス成分が多いゴム・ワックスマスターバッチを用いれば通常の混合攪拌によりある程度は溶解するが、例えばゴム成分が50wt%以上のゴム・ワックスマスターバッチを用いた場合はマスターバッチの粒径を小さくして表面積/重量を大きくせねばならず、溶解時間も長くなり、前記したような劣化が起こるのみならず、ゴム成分が少ない(ワックス成分の多い)たとえばゴム成分が50wt%よりも少ないゴム・ワックスマスター

バッチを得るためにはその製造経費が多くかかり、更にはワックス成分が多くなるとペンベリーミキサーなどでのマスターバッチ製造はミキサーからのマスターバッチの抜出しの点において不可能となる。

そこで本発明者らは数多くの実験を行なつた結果次の結論に達した。すなわち、攪拌式溶解槽の中で固形ゴム又はゴム・ワックスマスターバッチをワックス類に短時間で溶解させるためには、いわゆる通常用いられている混合を主体に設計された攪拌槽では明らかに限界があり、各種の溶解実験結果より、単なる混合攪拌ではなく、むしろ溶解槽に投入するゴム分をワックス類の存在する溶解槽の中で剪断粉砕^{この粉砕}されたゴム分が同時にワックス類に溶解することにより初めて可能となることを見出した。

この方法によれば、ゴム単身とかワックス成分の含有量がかなり低いゴム・ワックスマスターバッチを、短時間でワックス類に溶解せしめ、また高ゴム濃度のゴム入りワックスを短時間で製造で

きることがわかつた。そして、数多くの実験データから、このような「剪断粉砕溶解」という溶解方式を効果的に行なうためには、溶解槽の攪拌羽根外周の周速度と実質的に使用される攪拌所消費動力が所定量以上必要であることがわかり、本発明を完成するに至つた。

本発明はワックス類にゴムまたはゴム成分50wt%以上のゴムワックスマスターバッチを加え、80℃～350℃の温度で、攪拌羽根の最大外周速度10～100m/sec、溶解操作時における最大の実質攪拌消費動力30～800 Kw/t・製品で、混合攪拌することを特徴とするゴム成分が3～30wt%のゴム入りワックスの製造方法に関するものである。

ここで言う「ワックス類」とは、石油ワックス、合成ワックス、天然ワックスを指し、融点100°F～200°Fの範囲にある結晶性、微結晶性を有するものである。石油ワックスとは例えばペラフィンワックス、モーターオイルワックス、マイクロワックスなどであり、原油の精製工程で得られる例えば減圧蒸留における蒸留残さあるいは、重質割

溜油留分と残さの混合物などを脱ろう工程にかけて得られるものである。本発明においては、これら石油類からの精製ワックスを得る中間製品であるところの油分を、たとえば5～10wt%またはそれ以下含む含油ワックス類(たとえばスラックワックス)等も有効に使用できる。また合成ワックスとは特にポリオレフィンワックスともいわれ、平均分子量500～10000のもので、エチレン、プロピレンより直接重合して製造する方法、高分子量ポリオレフィン類の熱分解により低分子量化して製造する方法、ポリエチレンを製造する際に副生する低分子量ポリエチレンを利用する方法などにより得られるものである。天然ワックスは天然に得られるもので、みつろう、カルナバワックスなどである。

また本発明で言うゴムは天然ゴムまたは合成ゴムであり、合成ゴムには例えばSBR、ポリブタジエン、アルフィンゴム、ポリイソブレンゴム、EPゴム、EPMゴム、ポリイソブチレン、ブチルゴムなどのゴム状物質である。ここで言うゴムには

通常ゴムに含有される劣化防止剤、その他の充填物が含まれていても良く、またゴムを溶解、膨潤させる各種油類が含有されていても良い。

また本発明で言うゴム成分 50wt% 以上のゴム・ワックスマスターバッチとは、前記ゴム成分を 50 wt% 以上含むゴムとワックス類とのマスターバッチで、通常パンバリーミキサーまたはロールミキサー等でゴムとワックス類を混合して容易に得ることができるゴムのマスターバッチである。

本発明は、これら成分を 80℃-300℃ 好ましくは 120℃-220℃ で所定条件で混合攪拌する。温度が 80℃ 以下であると充分均一な製品が得られず、また 300℃ 以上であると、原料成分が劣化する傾向を示し、また高温設備を要し不利である。

本発明においては、混合攪拌を攪拌羽根の最大外周速度 10-100 m/sec、溶解操作時における最大の実質攪拌消費動力 30-800 Kw/t・製品で行なり。ここで最大の実質消費動力とは、攪拌混合操作中における最大の攪拌消費動力から、その攪拌と同一攪拌条件で無負荷で運転を行なった場合の消費

動力を差引いた値である。最大外周速度が 10 m/sec より小であると、また攪拌消費動力が 30 Kw/t・製品より小であると充分均一なゴム入りワックスは短時間で製造できない。また最大外周速度が 100 m/sec より大であると、また実質攪拌消費動力が 800 Kw/t・製品より大であると、装置の設備が困難となると同時に発熱を防止することがむづかしくなり、経済的に不利である。

本発明の上記の攪拌は通常 2 枚またはそれ以上の攪拌翼を有する密封または一部開封型の攪拌混合器でバッチまたは連続で行なうことができる。

本発明のゴム入りワックス製造方法においては、前記原料成分を混合攪拌器に送入して、前記条件で攪拌混合することにより達成される。

本発明により得られるゴム入りワックスの組成はゴム成分 3 wt% - 30 wt% のものであり、好ましくは 5 - 25 wt% のものである。

本発明により好ましく得られたゴム成分 5-30 wt% のゴム入りワックスは、攪拌温度条件下で通常板状であり、これはそのまま、またはさらに

加熱熔融状態のワックス類と単に混合するだけで、またはラインミキシングすることにより容易にゴム成分 1-5 wt% のゴム入りワックスにすることができ、前記各種用途に有効に使用される。

次に実施例を記載し本発明の方法をさらに具体的に説明する。

実施例

所定量のゴムとワックス類を表に示したように所定の条件で攪拌混合し、ゴム入りワックスを製造した。攪拌混合方法の手順は、まず(4)に示した寸法の溶解槽に(7)で示したワックス類を所定量入れ 120℃ まで温度を上げる。次いで(6)で示した温度になるように(6)で示したゴムの入れ方で所定量投入する。それぞれの仕込み量は(6)で示した全仕込み量よりあらかじめ計算しておく。ゴム分を入れたら、攪拌機をまわし(4)で示した攪拌羽根周速度まで回転を上げる。そして(6)で示した溶解温度を保ちながら時の溶解時間攪拌を続行したのち攪拌を停止した。

なお、表中(1)は実験番号、(2)は溶解槽の寸法と

容積、(3)は攪拌羽根の直径、(4)は使用したゴムの種類、(5)はゴム成分の導入の方法、(6)は製品中のゴム成分濃度、(7)は使用したワックス類、(8)は溶解混合温度、(9)は全仕込み量、(10)は攪拌羽根の外周の最大周速度、(11)は最大実質攪拌消費動力、(12)は製品 1 トン当りの最大実質攪拌消費動力、(13)は攪拌混合の時間である。(14)は製品ゴムワックスの溶解状態を示す。溶解状態は製品ゴムワックス溶解物を約 20 メッシュ網で濾過し残留ゴム成分の量により述べた。表中の(14)記載から明らかなように、本発明の方法によりきわめて有効にゴムワックスが製造できることがわかる。

また、本実験番号 1, 5 で得られたゴムワックスに約 150℃ 溶解 180°マイクrowワックスを所定量加えて手動で攪拌機により混合することにより、ゴム成分濃度約 3% のゴムワックスを容易に得ることができた。

なお、表中の注は下記のとおり。

(注 1) ゴム ; 180°マイクrowワックス = 80 : 20

(重量比) のゴム・ワックスマスターバ

特開 昭50-7802(特)

フチを1個当り約5斗の焼として投入。

(注2) (注1)と同じであるが、マスターバッチの大きさを1個当り約50斗の焼で投入。

(注3) 生ゴムをそのまま使用。1個当り約5斗の焼として投入。

(注4) 生ゴムをそのまま使用。1個当り約50斗の焼として投入。

6. 前記以外の発明者

住 所 東京都世田谷区梅丘 1-7-10
氏 名 林 隆 之

特許出願人 日本石油株式会社

代 理 人 弁 理 士 朝 倉 正 幸

手続補正書

昭和48年9月3日

特許庁長官 斎藤英雄殿

1. 事件の表示 特願昭48-58079号

2. 発明(考案)の名称 ゴム入りワックスの製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 (444)日本石油株式会社

4. 代理人 〒104

住所 東京都中央区銀座1丁目9番10号
大日本図書ビル 電話 (567) 5779

氏名 (7222)弁理士 朝倉正幸

5. 補正命令の日付 自 発

6. 補正により増加する発明の数 変化せず

7. 補正の対象 明細書(発明の詳細な説明)
委任状

8. 補正の内容 別紙の通り

補正の内容

特願 昭50-7802(向)

- 1) 明細書第2頁第17行「湯便」を「湯練」と補正する。
- 2) 同第5頁第9行「80℃~350℃」を「80℃~300℃」と補正する。
- 3) 同第12頁表において使用ワックス類の項の最下欄「日本石油マイクロスラックワックス」を「日本石油ブライトワックス」と補正する。
- 4) 別紙の通り委任状を1通提出する。

THIS PAGE BLANK (USPTO)